

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-211351

(43)Date of publication of application : 29.07.2003

(51)Int.Cl. B24B 37/00
B24B 1/00
C09K 3/14
G11B 5/84

(21)Application number : 2002-005943

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 15.01.2002

(72)Inventor : OOSHIMA YOSHIKI

(54) METHOD OF REDUCING MICRO PROJECTIONS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method of reducing micro projections of a polishing object substrate capable of economically and highly speedily reducing the surface defect such as a small surface roughness, a projection, and a polishing flaw on a workpiece after polishing, and especially the micro projection detected by a surface shape analysis using an atomic force microscope for finishing polishing of a memory hard disk and polishing for a semiconductor device, to provide a substrate for a magnetic disk obtained by the same method, and to provide manufacturing method for a substrate using the same method.

SOLUTION: This method reduces the micro projection of the polishing object substrate detected by the surface analysis using the atomic force microscope (AFM), and has a process of polishing the substrate using polishing liquid composition, which includes water, polishing material, and acid compound, shows acid pH, and has a concentration of the polishing material less than 10 wt.%. The substrate for the magnetic disk is provided by the same method. The method is to manufacture the substrate for the magnetic disk reducing the micro projection detected by the surface analysis using the atomic force microscope (AFM) using the same method.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 09.04.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 31.05.2006

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The approach come to contain water, abrasives, and an acid compound and pH reduces the minute projection of the ground substrate detected by the surface analysis using an atomic force microscope (AFM) which has the process which grinds a ground substrate using the polish liquid constituent whose concentration of acidity and abrasives is less than 10 % of the weight.

[Claim 2] The approach according to claim 1 a polish liquid constituent comes to contain an oxidizer further.

[Claim 3] The approach according to claim 1 or 2 abrasives are silicas.

[Claim 4] The approach according to claim 2 an oxidizer is a hydrogen peroxide.

[Claim 5] a claim -- the substrate for magnetic disks obtained using the approach of a publication one to 4 either.

[Claim 6] a claim -- the approach of manufacturing the substrate for magnetic disks which reduced the minute projection detected by the surface analysis using an atomic force microscope (AFM) using the approach of a publication one to 4 either.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of the substrate for magnetic disks obtained using the approach and this approach of reducing the minute projection in the surface analysis which used the atomic force microscope (AFM), and the substrate using said approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] In order to call for high capacity and minor diameter-ization and to raise recording density, the flying height of the magnetic head is reduced in a memory hard disk drive in recent years, or it is forced to make unit record area small. In connection with it, the surface quality demanded after polish also in the production process of the substrate for magnetic disks is becoming severe every year, and a scratch, and the magnitude and the depth of a pit which are permitted corresponding to reduction of surface roughness, minute external waviness, a roll-off, and a projection or reduction of unit record area are becoming still smaller corresponding to low surfacing of a head.

[0003] Moreover, also in the semi-conductor field, detailed-ization of wiring is progressing with high integration and improvement in the speed. Also in the manufacture process of a semiconductor device, since the depth of focus becomes shallow with detailed-izing of wiring in the case of exposure of a photoresist, much more smoothing of a pattern formation side is desired.

[0004] In order to realize high recording density-ization of a memory hard disk drive especially, as a result of the spacing between a head and a disk becoming narrow every year, the minute projection (height: 1-30nm, width-of-face:1-100nm) detected in the surface type-like analysis using the atomic force microscope (AFM) which was not made an issue of has so far posed a problem.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The purpose of this invention as an object for polish for finishing polishes and the semiconductor devices of a memory hard disk The surface roughness of the ground object after polish is small. And surface discontinuity, such as a projection and a polish blemish, It is in offering the manufacture approach of the substrate for magnetic disks obtained using the reduction approach of a minute projection of a ground substrate which can reduce economically the minute projection detected in the surface type-like analysis especially using an atomic force microscope at a high speed, and this approach, and the substrate using said approach.

[0006]

[Means for Solving the Problem] Namely, the summary of this invention comes to contain [1] water, abrasives, and an acid compound. Have the process at which pH grinds a ground substrate using the polish liquid constituent whose concentration of acidity and abrasives is less than 10 % of the weight. How to reduce the minute projection of the ground substrate detected by the surface analysis using an atomic force microscope (AFM), [2] It is related with the approach of manufacturing the substrate for magnetic disks obtained using the approach of the aforementioned [1] publication, and the substrate for magnetic disks which reduced the minute projection which uses an approach given in [3] aforementioned [1] for a list, and is detected by the surface analysis using an atomic force microscope (AFM).

[0007]

[Embodiment of the Invention] In this invention, the minute projection (only henceforth a minute projection) detected in the surface type-like analysis using an atomic force microscope means the projection which has height of 1-30nm, and magnitude with a width of face of 1-100nm. Here, the approach of a publication is mentioned as the below-mentioned example as the surface type-like analysis approach using an atomic force microscope.

[0008] The reduction approach of a minute projection of this invention comes to contain water, abrasives, and an acid compound as mentioned above, and pH has the process which grinds a ground substrate using the polish liquid constituent whose concentration of acidity and abrasives is less than 10 % of the weight.

[0009] The abrasives currently generally used for polish can be used for the abrasives used for this invention. As these abrasives, the carbide of a metal; metal or semimetal, a nitride, an oxide, a boride; diamond, etc. are mentioned. A metal or metalloid element is the thing of 2A of the periodic table (long period mold), 2B, 3A, 3B, 4A, 4B, 5A, 6A and 7A, or 8A group origin. It is desirable for an aluminum oxide, silicon carbide, a diamond, magnesium oxide, a zinc oxide, titanium oxide, cerium oxide, a zirconium dioxide, a silica, etc. to be mentioned, and to use one or more sorts of these as an example of abrasives, from a viewpoint which raises a polish rate. Especially, an aluminum oxide, a silica, cerium oxide, a zirconium dioxide, titanium oxide, etc. fit polish of substrates for precision components, such as a semi-conductor wafer, and a semiconductor device, a substrate for magnetic-recording media. Although various crystal system, such as alpha, theta, and gamma, is known about the aluminum oxide, it can respond to an application and can be used suitably, being able to choose. Among this, a silica, especially colloidal silica are suitable for the last finishing polish application of the substrate for high recording density memory magnetic disks and the polish application of a semiconductor device substrate which need more advanced smooth nature.

[0010] from a viewpoint which raises a polish rate as for the mean particle diameter of the primary particle of abrasives -- desirable -- 0.001-3 mum -- more -- desirable -- 0.01-3 mum -- further -- desirable -- 0.02-0.8 mum -- especially -- desirable -- 0.05-0.5 It is mum. furthermore, the mean particle diameter of the viewpoint which reduces the surface roughness of the viewpoint which raises a polish rate similarly, and a ground object when a primary particle condenses and the aggregated particle is formed to the aggregated particle -- desirable -- 0.05-3 micrometers -- further -- desirable -- 0.1-1.5 mum -- especially -- desirable -- 0.2-1.2 It is mum. Mean particle diameter of the primary particle of abrasives can be observed with a scanning electron microscope (it is 3000-30000 suitably twice), can perform image analysis, and can ask for it by measuring biaxial mean particle diameter. Moreover, the mean particle diameter of an aggregated particle can be measured as volume mean particle diameter using laser optical diffraction.

[0011] Moreover, in this invention, it is more desirable to use a silica particle as abrasives from a viewpoint which is made to reduce a minute projection and surface roughness (Ra), and raises surface quality. As a silica particle, a colloidal silica particle, a fumed silica particle, the silica particle that carried out surface qualification are mentioned, and a colloidal silica particle is desirable especially. In addition, a colloidal silica particle can be obtained by the process made to generate for example, from a silicic-acid water solution.

[0012] The mean particle diameter of the primary particle of a silica particle is 0.001 preferably from a viewpoint which raises a polish rate. It is 0.6 preferably from a viewpoint which is 0.02 micrometers or more still more preferably, and reduces surface roughness (Ra) by 0.01 micrometers or more more preferably more than mum. It is 0.5 more preferably below mum. It is 0.3 still more preferably below mum. It is 0.2 especially preferably below mum. It is below mum. this mean particle diameter -- desirable -- 0.001-0.6 mum -- more -- desirable -- 0.001-0.5 mum -- further -- desirable -- 0.01-0.3 mum -- especially -- desirable -- 0.02-0.2 It is mum. In addition, this particle size can be observed with a scanning electron microscope, can perform image analysis (suitably 3000 times to 100000 times), and can ask for it by measuring a biaxial pitch diameter.

[0013] Furthermore, a silica particle from a viewpoint which prevents generating of a minute projection particle size (D50) from which the addition particle size distribution (number criteria) from the diameter side of a granule becomes 50% Particle size (D90) from which the addition particle size distribution (number criteria) from the receiving diameter side of a granule becomes

90% Ratio (D90/D50) 1.0-1.5 And it is desirable that the particle size distribution from which D50 is set to 10 - 200 nm is shown. In addition, said particle size distribution is measured about the silica particle which mixed them, when the particle size distribution of an overall silica particle is shown and two or more sorts of silica particles are used [for example,] together.

[0014] said particle size distribution -- setting -- D90/D50 -- 1.0-1.5 desirable -- more -- desirable -- 1.0-1.45 -- further -- desirable -- 1.0-1.4 -- it is 1.0-1.35 especially preferably.

[0015] moreover, particle size distribution -- setting -- D50 -- 10 - 200 nm -- desirable -- more -- desirable -- 20 - 180 nm -- further -- desirable -- 30 - 150 nm -- it is 50 - 100 nm especially preferably. The viewpoint which 10nm or more is desirable, and prevents generating of surface discontinuity, such as a minute projection, from a viewpoint which obtains a high polish rate, and obtains good surface smooth nature to below 200 nm of this D50 is desirable.

[0016] Moreover, it can ask for the particle size of the silica particle used for this invention by the following approaches using a scanning electron microscope (it is called Following SEM). That is, silica particle concentration is a polish liquid constituent containing a silica particle 0.5 It dilutes with ethanol so that it may become weight %. It applies to homogeneity on the sample base for SEM which warmed this diluted solution at about 50 degrees C. Then, homogeneity is made to season naturally so that a superfluous solution may be sucked up through a filter paper and a solution may not condense.

[0017] The silica particle made to season naturally is made to vapor-deposit Pt-Pd, using the field emission-type scanning electron microscope (FE-SEM:S-4000 mold) by Hitachi, Ltd., a scale factor is adjusted 3000 times to 100,000 times so that about 500 silica particles may be observed in a visual field, two points are observed about one sample base, and a photograph is taken. The taken photograph (10.16 cmx12.7cm) is expanded to A4 size with a copy machine etc., the particle size of all the photoed silica particles is measured with slide calipers etc., and it totals. It is made for the number of the silica particles which repeat this actuation several times and measure it to become 2000 or more pieces. It is more desirable to increase the number of point of measurement by SEM from a viewpoint which searches for exact particle size distribution. The measured particle size is totaled, and the particle size distribution of the number criteria in this invention can be searched for, being able to use as D90 particle size which becomes D50 and 90% about the particle size from which the frequency (%) is added sequentially from a small particle size, and the value becomes 50%. In addition, particle size distribution here is searched for as particle size distribution of a primary particle. However, when the aggregated particle which primary particles, such as an aluminum oxide, cerium oxide, and fumed silica, welded exists, particle size distribution can be searched for based on the particle size of the aggregated particle.

[0018] Moreover, it is also possible to attain by the approach of giving particle size distribution to a final product by adding the particle used as as new a nucleus as the growth fault of the particle in the manufacture phase when a silica particle is colloidal silica, the approach of mixing two or more silica particles which have different particle size distribution, etc., for example, although not limited especially as an approach of adjusting the particle size distribution of a silica particle.

[0019] The content of these abrasives is less than 10 % of the weight in a polish liquid constituent. By adjusting to this density range, the minute projection of the ground substrate detected by the surface analysis using AFM can be reduced remarkably. Moreover, the content of said abrasives is 7 or less % of the weight still more preferably 8 or less % of the weight more preferably 9 or less % of the weight from the viewpoint which reduces a minute projection, and a viewpoint of economical efficiency. Moreover, this content is 0.5 preferably from a viewpoint which raises a polish rate. It is 3 % of the weight or more especially preferably 2% of the weight or more still more preferably 1% of the weight or more more preferably more than weight %.

[0020] That is, this content is 0.5 preferably. It is 3 - 7 % of the weight especially preferably two to 8% of the weight still more preferably one to 9% of the weight more preferably less than 10% of the weight more than weight %.

[0021] In this invention, an acid compound is a compound which pK1 shows seven or less acidity. Three or less compound has a viewpoint to desirable pK1 which reduces a minute projection. The compound which has the capacity which carries out the chelate of the metal which pK1 contains on a ground object front face with seven or less compound in the viewpoint of the improvement in a polish rate is desirable. Specifically, there are organic carboxylic acids, such as

1921

12 12 1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

1921

amino polycarboxylic acid, such as ethylene-diamine-tetraacetic acid, and the salt of those, a citric acid and a malic acid, a tartaric acid, oxalic acid, a malonic acid, a succinic acid, a maleic acid, an itaconic acid, and a sulfosalicylic acid, and a salt of those. Three or less compound has a viewpoint to desirable pK1 which reduces a minute scratch, for pK1, pK1 is [pK1] 1.5 or less compound especially preferably 2.0 or less still more preferably 2.5 or less, and one or less compound (namely, compound in which acidity strong like it cannot express with pK1 is shown) has more preferably most desirable pK1. Specifically, a nitric acid, a sulfuric acid, a sulfurous acid, persulfuric acid, a hydrochloric acid, perchloric acid, a phosphoric acid, phosphonic acid, phosphinic acid, a pyrophosphoric acid, oxalic acid, amidosulfuric acid, an aspartic acid, 2-aminoethylphosphonic acid, glutamic acid, picolinic acid, the 1-hydroxy ethylidene -1, 1-diphosphonic acid (henceforth HEDP), etc. are mentioned. Also in these, from a viewpoint of reduction of a minute projection, a nitric acid, HEDP, a sulfuric acid, perchloric acid, and a hydrochloric acid are desirable, and a nitric acid, HEDP, and especially a sulfuric acid are desirable. These acids are independent, or may mix and use two or more sorts. here -- pK1 -- the logarithm of the inverse number of the acid dissociation constant (25 degrees C) of an organic compound or an inorganic compound -- a value -- usually -- electric dissociation exponent -- expressing -- the logarithm of the inverse number of the first acid dissociation constant of them -- the value is set to pK1. pK1 of each compound is indicated by the chemistry handbooks [4th edition / of revised] (basic volume) pp [II and] 316-325 (edited by Chemical Society of Japan) etc.

[0022] a viewpoint to 0.0001 - 20 % of the weight which raises the viewpoint and surface quality which demonstrate sufficient polish rate as for the content in the polish liquid constituent of an acid compound -- desirable -- more -- desirable -- 0.0003 - 10 % of the weight -- it is -- further -- desirable -- 0.001-5 weight % -- especially -- desirable -- 0.0025-3 It is weight %.

[0023] As for a polish liquid constituent, it is desirable to contain an oxidizer from a viewpoint which raises a polish rate. As an oxidizer, a peroxide, permanganic acid or its salt, a chromic acid or its salt, a nitric acid or its salt, peroxy or its salt, oxygen acid or its salt, metal salts, and sulfuric acids are mentioned.

[0024] In an example, as a peroxide, more as a; permanganate, a hydrogen peroxide, a sodium peroxide, a barium peroxide, etc. Potassium permanganate etc.; as a chromate A chromic-acid metal salt, a dichromic acid metal salt, etc.; as a nitrate Iron nitrate (III), an ammonium nitrate, etc.; as peroxy or its salt A peroxydisulfuric acid, a ammonium peroxydisulfate; a peroxydisulfuric-acid metal salt, Peroxophosphoric acid, persulfuric acid, sodium peroxoborate, a performic acid, a peracetic acid, a perbenzoic acid, a fault phthalic acid, etc.; as oxygen acid or its salt A hypochlorous acid, hypobromous acid, hypoiodous acid, a chloric acid, a bromic acid, the iodic acid, perchloric acid, a sodium hypochlorite, a calcium hypochlorite, etc.; as metal salts, an iron(III) chloride, iron(III) sulfate, ferric citrate (III), ammonium iron sulfate (III), etc. are mentioned. As a desirable oxidizer, a hydrogen peroxide, iron nitrate (III), a peracetic acid, ammonium-peroxydisulfate iron(III) sulfate, ammonium iron sulfate (III), etc. are mentioned. The viewpoint that a metal ion does not adhere to a front face especially, but it is used general-purpose, and is cheap to a hydrogen peroxide is desirable. These oxidizers are independent, or two or more sorts may be mixed and used for them.

[0025] From a viewpoint which raises a polish rate, the content of the oxidizer in a polish liquid constituent It is 0.002 preferably. It is 0.005 more preferably more than weight %. More than weight % It is 0.007 still more preferably. It is 0.01 % of the weight or more especially preferably more than weight %. It is 5 especially preferably 10 or less % of the weight still more preferably 15 or less % of the weight more preferably 20 or less % of the weight preferably from the viewpoint which reduces surface roughness, decreases surface discontinuity, such as a minute projection, and raises surface quality, and a viewpoint of economical efficiency. It is below weight %. This content is 0.01 - 5 % of the weight especially preferably 0.007 to 10% of the weight still more preferably 0.005 to 15% of the weight more preferably 0.002 to 20% of the weight preferably.

[0026] The water in a polish liquid constituent is what is used as a medium. The content From a viewpoint which grinds a ground object efficiently, it is 50 % of the weight or more preferably. It is 66 % of the weight or more more preferably, and is 77 % of the weight or more still more preferably. It is 85 % of the weight or more especially preferably, and is 99.4979 preferably. It is 98.9947 more preferably below weight %. It is 94.9875 especially preferably 96.992 or less % of

the weight still more preferably below weight %. It is below weight %. this content -- desirable -- 55-99.4979 weight % -- more -- desirable -- 67-98.9947 weight % -- further -- desirable -- 75 - 96.992 % of the weight -- especially -- desirable -- 84-94.9875 It is weight %.

[0027] In addition, the concentration of each component in said polish liquid constituent may be any of the concentration at the time of this constituent manufacture, and the concentration at the time of use. Usually, as concentration liquid, a polish liquid constituent is manufactured, and dilutes and uses this in many cases at the time of use.

[0028] Moreover, other components can be blended with said polish liquid constituent if needed. As these other components, a thickener, a dispersant, a rust-proofer, an alkali, a surfactant, etc. are mentioned.

[0029] A polish liquid constituent can be prepared abrasives, an acid compound, water, and by mixing an oxidizer, other components, etc. by the well-known approach, if required.

[0030] Although pH of a polish liquid constituent is acidity, as for the value of concrete pH, it is desirable to determine suitably according to the class and military requirement of a workpiece. The viewpoint which generally raises a polish rate with a metallic material although limitation is impossible generally with the quality of the material of a ground object to pH is 7.0. The following is desirable and it is 6.0 more preferably. It is 5.0 still more preferably hereafter. It is 4.0 especially preferably hereafter. It is the following. Moreover, the effect on the body or the corrosive viewpoint of a machine to pH is 1.0. It is desirable that it is above and it is 1.2 more preferably. It is 1.4 still more preferably above. It is 1.6 especially preferably above. It is above. It is a viewpoint to 4.5 which raises a polish rate in the precision components substrate which set metals, such as an aluminium alloy substrate by which nickel-Lynn (nickel-P) plating was carried out especially, as the main object as for pH. The following is desirable and it is 4.0 more preferably. It is 3.5 still more preferably hereafter. It is 3.0 especially preferably hereafter. It is the following. therefore, the precision components substrate for metals, such as an aluminium alloy substrate by which especially nickel-P plating was carried out although what is necessary is just to have set up pH according to the purpose to think as important, -- setting -- said viewpoint -- synthesizing -- pH -- 1.0-4.5 desirable -- more -- desirable -- 1.2-4.0 -- further -- desirable -- 1.4-3.5 -- especially -- desirable -- 1.6-3.0 it is . pH can be adjusted by blending suitably alkalis, such as organic acids, such as inorganic acids, such as a nitric acid and a sulfuric acid, and oxalic acid, ammonium salt, aqueous ammonia, a potassium hydroxide, a sodium hydroxide, and an amine, in the amount of requests.

[0031] The reduction approach of a minute projection of this invention has the process which mixes each component, prepares polish liquid and grinds a ground substrate so that it may become the presentation of said polish liquid constituent for example, using the above polish liquid constituents, and it can manufacture the substrate for precision components suitably especially. As the example, a substrate is put with grinders which stuck polyurethane system abrasive cloth preferably, such as organic nonwoven fabric-like macromolecule system abrasive cloth. It is 2 1m of ground substrates, using a polish liquid constituent as a flow rate. A part for hit 0.076 - 3.8L/, Supplying a polished surface by part for 0.15 - 1.5L/preferably, and applying the constant pressure of 4.9-9.8kPa preferably 2.9 to 19.6 kPa as a load The approach which the relative velocity of a top board or a lower lapping plate, and a ground substrate grinds by moving a grinder and a substrate so that a second may come in 0.3-1m /preferably a second 0.1-2m /in the surface plate center section is mentioned.

[0032] Thus, by using the reduction approach of a minute projection of this invention, it raises a polish rate, generating of the surface discontinuity of a minute scratch, a pit, etc. is controlled it not only removes a minute projection efficiently, but, and the effectiveness that surface smooth nature, such as surface roughness (Ra), can be raised is discovered.

[0033] As a ground substrate which the reduction approach of a minute projection of this invention makes an object, the substrate which makes resin, such as ceramic ingredients, such as vitrified matter, such as glass, glassy carbon, and amorphous carbon, an alumina, a silicon dioxide, silicon nitride, tantalum nitride, and titanium carbide, and polyimide resin, etc. the quality of the material is mentioned to metals, such as silicon, aluminum, nickel, a tungsten, copper, a tantalum, and titanium, or semimetals and these alloys, and a list, for example. In these, it is desirable that the alloy which uses metals and these metals, such as aluminum, nickel, a tungsten, and copper, as a principal component is a ground object, or it is a ground object like semi-conductor substrates, such as a semiconductor device, with which they contained the

metal, for example, glass substrates, such as an aluminium alloy substrate by which nickel-P plating was carried out, and glass ceramics, tempered glass, are more desirable, and especially the aluminium alloy substrate by which nickel-P plating was carried out is desirable.

[0034] The configuration which there is no limit especially in the configuration of a ground substrate, for example, has the flat-surface sections, such as the shape of the shape of the shape of a disk and a plate and slab and prism, and the configuration which has the curved-surface sections, such as a lens, are set as the object of this invention. Also in it, it excels especially in polish of a disk-like a ground substrate.

[0035] The reduction approach of a minute projection of this invention is used suitable for polish of a precision components substrate. For example, it is suitable for polish of precision components substrates, such as the substrate of magnetic-recording media, such as a magnetic disk, an optical disk, and a magneto-optic disk, a photo-mask substrate, an optical lens, an optical mirror, an optical prism, and a semi-conductor substrate. Polish of a semi-conductor substrate is performed in the polishing process of a silicon wafer (BEAWEHA), the formation process of an embedding component demarcation membrane, the flattening process of an interlayer insulation film, the formation process of embedding metal wiring, an embedding capacitor formation process, etc. Especially the reduction approach of a minute projection of this invention is suitable for polish of the substrate for magnetic disks. Furthermore, it is suitable for obtaining the substrate for magnetic disks not more than surface roughness (Ra)0.3nm.

[0036] Surface roughness (Ra) is called for as center line granularity generally said, and expresses as Ra the center line average of roughness height obtained from a granularity curve with a wavelength component 80 micrometers or less in this specification. This Ra can be measured as follows.

[0037] Center-line-average granularity: Measure on condition that the following using the tally step made from Ra rank Taylor HOBUSON ("TARIDETA 2000") (hereafter, it smells and the vocabulary in a parenthesis shows a trade name).

Sensing-pin tip size : 2.5 micrometerx2.5-micrometer high-pass filter : 80-micrometer measurement die length : 0.64mm [0038] The manufacture approach of the substrate for magnetic disks of this invention has the polish process which used the reduction approach of a minute projection of this invention, it is desirable to be carried out also in two or more polish processes after 2 process eye, and, as for this polish process, it is desirable to especially be carried out to the last polish process. For example, the aluminium alloy substrate which was set to surface roughness (Ra)0.5nm-1.5nm according to the polish process of one process or two processes and by which nickel-P plating was carried out can be ground according to the polish process using the reduction approach of a minute projection of this invention, and the substrate for magnetic disks not more than surface roughness (Ra)0.25nm can be preferably manufactured for the substrate for magnetic disks not more than surface roughness (Ra)0.3nm. The reduction approach of a minute projection of this invention is suitable for using especially preferably the substrate for magnetic disks not more than surface roughness (Ra)0.3nm for 2 process eye at the time of manufacturing the substrate for magnetic disks not more than surface roughness (Ra)0.25nm by polish of two processes.

[0039] The manufactured substrate for magnetic disks has very few minute projections, and they are excellent in surface smooth nature. as the surface smooth nature -- surface roughness (Ra) -- 0.25nm or less is preferably desirable 0.3nm or less.

[0040] As mentioned above, while being able to remove a minute projection efficiently and raising a polish rate further by using the reduction approach of a minute projection of this invention, there is little surface discontinuity of a scratch, a pit, etc., and the substrate for magnetic disks of the high quality which was excellent surface roughness (Ra) and in the shape of [whose smooth nature, such as (Wa), surged and improved] front planarity can be manufactured with sufficient productive efficiency.

[0041] In addition, especially the reduction approach of a minute projection of this invention is applicable like the polish processes, for example, the wrapping process etc., other than this etc., although it is effective in a BORISSHINGU process.

[0042]

[Example] (Ground object) Polish evaluation was performed using the aluminium alloy substrate of 95mmphi of thickness 0.8 mm which rough-ground beforehand the substrate by which nickel-P plating was carried out with the polish liquid containing alumina abrasives, and made it 1nm of

substrate surface roughness as a ground substrate.

[0043] Colloidal silica and 35% which has the mean particle diameter of a primary particle as shown in one to examples 1-7 and example of comparison 3 table 1 It is a total of 100, using the remainder as water for a hydrogen peroxide (product made from the Asahi electrification), the 1-hydroxy ethylidene -1, 1-diphosphonic acid (HEDP, made in SORUSHIA Japan, and pK1 are one or less), or ethylenediaminetetraacetic acid iron salt (EDTA-Fe) with the specified quantity. It prepared so that it might become weight % . The sequence to mix mixed the hydrogen peroxide in the water solution which diluted HEDP or EDTA-Fe with water first, agitating so that a colloidal silica slurry finally may not be gelled, quickly, in addition, adjusted pH to the predetermined value and prepared the polish liquid constituent. Using the obtained polish liquid constituent, the ground object was ground on the following polish conditions, and measurement and evaluation of a polish rate, surface roughness (Ra), and the number of a minute projection were done based on the following approaches. The obtained result is shown in Table 1.

[0044] (Polish conditions)

The "double-sided 9B grinder" Polish testing machine: By the speed femme company
"Belatrix N0058" Scouring pad: By Kanebo

rotating speed: -- 35 r/min slurry amount-of-supply: -- 40 ml/min polish time amount: -- 4-minute polish load: -- number-of-sheets [of the substrate which carried out the 7.8kPa

injection]: -- ten sheets [0045] (Polish rate) The amount of double-sided polishes per unit time amount is computed by applying specific gravity (8.4 g/cm³) to the weight difference (g) of the substrate before and behind a polish trial, and breaking by the surface area (65.97cm²) and polish time amount of a disk further.

[0046] (Surface roughness (Ra)) An atomic force microscope ("Nanoscope III" by the digital instrument company) is used for a total of six points by three points each of the both sides of a ground substrate at intervals of 120 degrees, and it is 1.0Hz about ScanRate. 2micrometerx2 The average when measuring the range of mum was taken. In addition, Ra shows the center line average of roughness height.

[0047] (Number of a minute projection) An atomic force microscope ("Nanoscope III" by the digital instrument company) is used for a total of six points by three points each of the both sides of a ground substrate at intervals of 120 degrees, and it is 1.0Hz about ScanRate.

2micrometerx2 The average per one substrate of the minute projection (projection with a height [of 1-30nm] and a width of face of 1-100nm) included in the range of mum was calculated.

[0048]

[Table 1]

| | 研磨材 | | 酸化合物 | 酸化剤 | pH | 研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{分}$) | Ra (nm) | 微小突起 (個数) |
|-------|--------------|-------------|---------------|---|----|------------------------------------|------------|--------------|
| | 平均粒径 (nm) | 濃度 (重量%) | | | | | | |
| 実施例 1 | 58 | 7 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.11 | 0.30 | 0 |
| 実施例 2 | 44 | 7 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.10 | 0.20 | 0 |
| 実施例 3 | 32 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.06 | 0.20 | 0 |
| 実施例 4 | 40 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.06 | 0.20 | 0 |
| 実施例 5 | 52 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.07 | 0.22 | 0 |
| 実施例 6 | 78 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.08 | 0.24 | 0 |
| 実施例 7 | 85 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.08 | 0.30 | 0 |
| 比較例 1 | 58 | 13 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.15 | 0.30 | 4 |
| 比較例 2 | 44 | 13 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.10 | 0.20 | 10 |
| 比較例 3 | 58 | 7 | EDTA-Fe: 3重量% | — | 9 | 0.10 | 0.31 | 無数 |

[0049] The result of Table 1 shows that all do not have a minute projection and surface roughness can obtain a low substrate at high speed in the examples 1-7 compared with the examples 1-3 of a comparison.

[0050]

[Effect of the Invention] The effectiveness that the substrate which prevents generating of the minute projection in the surface type-like analysis using high-speed polish, highly precise surface quality, especially an atomic force microscope (AFM) can be manufactured by the reduction approach of a minute projection of this invention is done so.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2003-211351
(P2003-211351A)

(43) 公開日 平成15年7月29日 (2003.7.29)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テームコード* (参考) |
|------------------------------|-------|---------------|-------------------|
| B 2 4 B 37/00 | | B 2 4 B 37/00 | H 3 C 0 4 9 |
| 1/00 | | 1/00 | D 3 C 0 5 8 |
| C 0 9 K 3/14 | 5 5 0 | C 0 9 K 3/14 | 5 5 0 D 5 D 1 1 2 |
| | | | 5 5 0 Z |
| G 1 1 B 5/84 | | G 1 1 B 5/84 | A |
| 審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁) | | | |

(21) 出願番号 特願2002-5943(P2002-5943)

(22) 出願日 平成14年1月15日 (2002.1.15)

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 大島 良暁

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所
内

(74) 代理人 100095832

弁理士 細田 芳徳

Fターム(参考) 3C049 AA07 AC02 AC04 CA01 CB01
CB05

3C058 AA07 AC04 CB02 DA02 DA17
5D112 AA02 BA09 GA14

(54) 【発明の名称】 微小突起の低減方法

(57) 【要約】

【課題】 メモリーハードディスクの仕上げ研磨や半導体素子用の研磨用として、研磨後の被研磨物の表面粗さが小さく、かつ突起や研磨傷等の表面欠陥、特に原子間力顕微鏡を用いた表面形状解析で検知される微小突起を経済的に高速に低減することが可能である被研磨基板の微小突起の低減方法、該方法を用いて得られる磁気ディスク用基板及び前記方法を用いる基板の製造方法を提供すること。

【解決手段】 水、研磨材、酸化合物を含有してなり、pHが酸性かつ研磨材の濃度が10重量%未満である研磨液組成物を用いて被研磨基板の研磨を行う工程を有する、原子間力顕微鏡 (A F M) を用いた表面解析により検知される被研磨基板の微小突起を低減する方法、該方法を用いて得られる磁気ディスク用基板、並びに前記方法を用いて原子間力顕微鏡 (A F M) を用いた表面解析により検知される微小突起を低減した磁気ディスク用基板を製造する方法。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 水、研磨材、酸化合物を含有してなり、pH が酸性かつ研磨材の濃度が 1 0 重量%未満である研磨液組成物を用いて被研磨基板の研磨を行う工程を有する、原子間力顕微鏡 (A F M) を用いた表面解析により検知される被研磨基板の微小突起を低減する方法。

【請求項 2】 研磨液組成物が酸化剤をさらに含有してなる、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】 研磨材がシリカである請求項 1 又は 2 記載の方法。

【請求項 4】 酸化剤が過酸化水素である請求項 2 記載の方法。

【請求項 5】 請求項 1 ~ 4 いずれか記載の方法を用いて得られる磁気ディスク用基板。

【請求項 6】 請求項 1 ~ 4 いずれか記載の方法を用いて原子間力顕微鏡 (A F M) を用いた表面解析により検知される微小突起を低減した磁気ディスク用基板を製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】 本発明は、原子間力顕微鏡 (A F M) を用いた表面解析における微小突起を低減する方法、該方法を用いて得られる磁気ディスク用基板及び前記方法を用いる基板の製造方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】 近年のメモリーハードディスクドライブには、高容量・小径化が求められ記録密度を上げるために磁気ヘッドの浮上量を低下させたり、単位記録面積を小さくすることが強いられている。それに伴い、磁気ディスク用基板の製造工程においても研磨後に要求される表面品質は年々厳しくなっており、ヘッドの低浮上に対応して、表面粗さ、微小うねり、ロールオフ、突起の低減や単位記録面積の減少に対応して許容されるスクラッチ、ピットの大きさと深さがますます小さくなってきている。

【0 0 0 3】 また、半導体分野においても、高集積化、高速化に伴って配線の微細化が進んでいる。半導体デバイスの製造プロセスにおいても、フォトレジストの露光の際、配線の微細化に伴い焦点深度が浅くなるため、パターン形成面のより一層の平滑化が望まれている。

【0 0 0 4】 特に、メモリーハードディスクドライブの高記録密度化を実現するため、ヘッドとディスク間のスペーシングが年々狭くなってきた結果、これまで問題にされなかった原子間力顕微鏡 (A F M) を用いた表面形状解析で検知される微小突起 (高さ: 1 ~ 3 0 n m、幅: 1 ~ 1 0 0 n m) が問題となってきた。

【0 0 0 5】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、メモリーハードディスクの仕上げ研磨や半導体素子用の研磨用として、研磨後の被研磨物の表面粗さが小さく、かつ

突起や研磨傷等の表面欠陥、特に原子間力顕微鏡を用いた表面形状解析で検知される微小突起を経済的に高速に低減することが可能である被研磨基板の微小突起の低減方法、該方法を用いて得られる磁気ディスク用基板及び前記方法を用いる基板の製造方法を提供することにある。

【0 0 0 6】

【課題を解決するための手段】 即ち、本発明の要旨は、

10 【1】 水、研磨材、酸化合物を含有してなり、pH が酸性かつ研磨材の濃度が 1 0 重量%未満である研磨液組成物を用いて被研磨基板の研磨を行う工程を有する、原子間力顕微鏡 (A F M) を用いた表面解析により検知される被研磨基板の微小突起を低減する方法、【2】 前記【1】記載の方法を用いて得られる磁気ディスク用基板、並びに【3】 前記【1】記載の方法を用いて原子間力顕微鏡 (A F M) を用いた表面解析により検知される微小突起を低減した磁気ディスク用基板を製造する方法に関する。

【0 0 0 7】

20 【発明の実施の形態】 本発明において、原子間力顕微鏡を用いた表面形状解析で検知される微小突起 (以下、単に微小突起ともいう) は、高さ 1 ~ 3 0 n m、幅 1 ~ 1 0 0 n m の大きさを有する突起を意味する。ここで、原子間力顕微鏡を用いた表面形状解析方法としては、後述の実施例に記載の方法が挙げられる。

30 【0 0 0 8】 本発明の微小突起の低減方法は、前記のように、水、研磨材、酸化合物を含有してなり、pH が酸性かつ研磨材の濃度が 1 0 重量%未満である研磨液組成物を用いて、被研磨基板の研磨を行う工程を有するものである。

40 【0 0 0 9】 本発明に使用される研磨材には、研磨用に一般に使用されている研磨材を使用することができる。該研磨材として、金属; 金属又は半金属の炭化物、窒化物、酸化物、ホウ化物; ダイヤモンド等が挙げられる。金属又は半金属元素は、周期律表 (長周期型) の 2 A、2 B、3 A、3 B、4 A、4 B、5 A、6 A、7 A 又は 8 A 族由来のものである。研磨材の具体例として、酸化アルミニウム、炭化珪素、ダイヤモンド、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、シリカ等が挙げられ、これらを 1 種以上使用することは研磨速度を向上させる観点から好ましい。中でも、酸化アルミニウム、シリカ、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン等が、半導体ウェハや半導体素子、磁気記録媒体用基板等の精密部品用基板の研磨に適している。酸化アルミニウムについては、 α 、 θ 、 γ 等種々の結晶系が知られているが、用途に応じ適宜選択、使用することができる。この内、シリカ、特にコロイダルシリカは、より高度な平滑性を必要とする高記録密度メモリー磁気ディスク用基板の最終仕上げ研磨用途や半導体デバイス基板の研磨用途に適している。

【0010】研磨材の一次粒子の平均粒径は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは0.001 ~ 3 μm 、より好ましくは0.01 ~ 3 μm 、さらに好ましくは0.02 ~ 0.8 μm 、特に好ましくは0.05 ~ 0.5 μm である。さらに、一次粒子が凝集して二次粒子を形成している場合は、同様に研磨速度を向上させる観点及び被研磨物の表面粗さを低減させる観点から、その二次粒子の平均粒径は、好ましくは0.05 ~ 3 μm 、さらに好ましくは0.1 ~ 1.5 μm 、特に好ましくは0.2 ~ 1.2 μm である。研磨材の一次粒子の平均粒径は、走査型電子顕微鏡で観察（好適には3000 ~ 30000 倍）して画像解析を行い、2軸平均粒径を測定することにより求めることができる。また、二次粒子の平均粒径はレーザー光回折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。

【0011】また、本発明においては、微小突起、表面粗さ (Ra) を低減させて、表面品質を向上させる観点から、研磨材としてシリカ粒子を用いることがより好ましい。シリカ粒子としては、コロイダルシリカ粒子、ヒュームドシリカ粒子、表面修飾したシリカ粒子等が挙げられ、中でも、コロイダルシリカ粒子が好ましい。なお、コロイダルシリカ粒子は、例えば、ケイ酸水溶液から生成させる製法により得ることができる。

【0012】シリカ粒子の一次粒子の平均粒径は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは0.001 μm 以上、より好ましくは0.01 μm 以上、さらに好ましくは0.02 μm 以上であり、表面粗さ (Ra) を低減する観点から、好ましくは0.6 μm 以下、より好ましくは0.5 μm 以下、さらに好ましくは0.3 μm 以下、特に好ましくは0.2 μm 以下である。該平均粒径は、好ましくは0.001 ~ 0.6 μm 、より好ましくは0.001 ~ 0.5 μm 、さらに好ましくは0.01 ~ 0.3 μm 、特に好ましくは0.02 ~ 0.2 μm である。なお、該粒径は走査型電子顕微鏡で観察して（好適には3000倍 ~ 100000倍）画像解析を行い、2軸平均径を測定することにより求めることができる。

【0013】さらにシリカ粒子は、微小突起の発生を防止する観点から、小粒径側からの積算粒径分布（個数基準）が50%となる粒径 (D50) に対する小粒径側からの積算粒径分布（個数基準）が90%となる粒径 (D90) の比 (D90/D50) が1.0 ~ 1.5 で、且つD50が10 ~ 200 nmとなる粒径分布を示すことが好ましい。なお、前記粒径分布は、全体的なシリカ粒子の粒径分布を示すものであり、例えば、2種以上のシリカ粒子を併用した場合、それらを混合したシリカ粒子について測定したものである。

【0014】前記粒径分布において、D90/D50は1.0 ~ 1.5 が好ましく、より好ましくは1.0 ~ 1.45、さらに好ましくは1.0 ~ 1.4、特に好ましくは1.0 ~ 1.35である。

【0015】また、粒径分布において、D50は、10 ~ 200 nmが好ましく、より好ましくは20 ~ 180 nm、さ

らに好ましくは、30 ~ 150 nm、特に好ましくは50 ~ 100 nmである。該D50は、高い研磨速度を得る観点から、10nm以上が好ましく、また、微小突起等の表面欠陥の発生を防ぎ、良好な表面平滑性を得る観点から、200 nm以下が好ましい。

【0016】また、本発明に使用されるシリカ粒子の粒径は、走査型電子顕微鏡（以下SEMという）を用いて以下の方法により求めることができる。即ち、シリカ粒子を含有する研磨液組成物をシリカ粒子濃度が0.5 重量%になるようにエタノールで希釈する。この希釈した溶液を約50℃に加温したSEM用の試料台に均一に塗布する。その後、過剰の溶液を濾紙で吸い取り溶液が凝集しないように均一に自然乾燥させる。

【0017】自然乾燥させたシリカ粒子にPt-Pdを蒸着させて、日立製作所（株）製電界放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM: S-4000型) を用いて、視野中に500個程度のシリカ粒子が観察されるように倍率を3000倍 ~ 10万倍に調節し、一つの試料台について2点観察し写真を撮影する。撮影された写真 (10.16 cm×12.7 cm) をコピー機等によりA4サイズに拡大して、撮影されたすべてのシリカ粒子の粒径をノギス等により計測し集計する。この操作を数回繰り返して、計測するシリカ粒子の数が2000個以上になるようにする。SEMによる測定点数を増やすことは、正確な粒径分布を求める観点からより好ましい。測定した粒径を集計し、小さい粒径から順にその頻度 (%) を加算してその値が50%となる粒径をD50、90%となる粒径をD90として本発明における個数基準の粒径分布を求めることができる。尚、ここでいう粒径分布は一次粒子の粒径分布として求められる。但し、酸化アルミニウム、酸化セリウム、ヒュームドシリカ等の一次粒子が融着した二次粒子が存在している場合においては、その二次粒子の粒径に基づいて、粒径分布を求めることができる。

【0018】また、シリカ粒子の粒径分布を調整する方法としては、特に限定されないが、例えば、シリカ粒子がコロイダルシリカの場合、その製造段階における粒子の成長過程で新たな核となる粒子を加えることにより最終製品に粒径分布を持たせる方法、異なる粒径分布を有する2つ以上のシリカ粒子を混合する方法等で達成することも可能である。

【0019】これらの研磨材の含有量は、研磨液組成物中において10重量%未満である。かかる濃度範囲に調整することで、AFMを用いた表面解析により検知される被研磨基板の微小突起を著しく低減できる。また、前記研磨材の含有量は、微小突起を低減する観点、及び経済性の観点から、好ましくは9重量%以下、より好ましくは8重量%以下、さらに好ましくは7重量%以下である。また、該含有量は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは0.5 重量%以上、より好ましくは1重量%以上、さらに好ましくは2重量%以上、特に好ましく

は3重量%以上である。

【0020】すなわち、該含有量は、好ましくは0.5重量%以上、10重量%未満、より好ましくは1~9重量%、さらに好ましくは2~8重量%、特に好ましくは3~7重量%である。

【0021】本発明において酸化合物は、 pK_1 が7以下の酸性を示す化合物である。微小突起を低減する観点から、 pK_1 が3以下の化合物が好ましい。研磨速度向上の観点では、 pK_1 が7以下の化合物で被研磨物表面に含有される金属をキレートする能力を有する化合物が好ましい。具体的には、エチレンジアミンテトラ酢酸等のアミノポリカルボン酸及びその塩や、クエン酸、リンゴ酸、酒石酸、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、マレイン酸、イタコン酸、スルホサリチル酸等の有機カルボン酸及びその塩がある。微小スクラッチを低減する観点から、 pK_1 が3以下の化合物が好ましく、より好ましくは pK_1 が2.5以下、さらに好ましくは pK_1 が2.0以下、特に好ましくは pK_1 が1.5以下の化合物であり、 pK_1 が1以下の化合物（即ち、 pK_1 で表せない程の強い酸性を示す化合物）が最も好ましい。具体的には、硝酸、硫酸、亜硫酸、過硫酸、塩酸、過塩素酸、リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、ピロリン酸、シュウ酸、アミド硫酸、アスパラギン酸、2-アミノエチルホスホン酸、グルタミン酸、ピコリン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸（以下、HEDPともいう）等が挙げられる。これらの中でも、微小突起の低減の観点から、硝酸、HEDP、硫酸、過塩素酸及び塩酸が好ましく、硝酸、HEDP及び硫酸が特に好ましい。これらの酸は単独で又は2種以上を混合して用いてもよい。ここで、 pK_1 とは有機化合物又は無機化合物の酸解離定数（25℃）の逆数の対数値を通常 pK_a と表し、そのうちの第一酸解離定数の逆数の対数値を pK_1 としている。各化合物の pK_1 は例えば改訂4版化学便覧（基礎編）II、pp316-325（日本化学会編）等に記載されている。

【0022】酸化合物の研磨液組成物中における含有量は、十分な研磨速度を発揮する観点及び表面品質を向上させる観点から、0.0001~20重量%が好ましく、より好ましくは、0.0003~10重量%であり、さらに好ましくは、0.001~5重量%、特に好ましくは、0.0025~3重量%である。

【0023】研磨液組成物は、研磨速度を向上させる観点から酸化剤を含有することが好ましい。酸化剤としては、過酸化物、過マンガン酸又はその塩、クロム酸又はその塩、硝酸又はその塩、ペルオキソ酸又はその塩、酸素酸又はその塩、金属塩類、硫酸類等が挙げられる。

【0024】より具体例には、過酸化物としては、過酸化水素、過酸化ナトリウム、過酸化バリウム等；過マンガン酸塩としては、過マンガン酸カリウム等；クロム酸塩としては、クロム酸金属塩、重クロム酸金属塩等；硝

酸塩としては、硝酸鉄(III)、硝酸アンモニウム等；ペルオキソ酸又はその塩としては、ペルオキソ二硫酸、ペルオキソ二硫酸アンモニウム、ペルオキソ二硫酸金属塩、ペルオキソリン酸、ペルオキソ硫酸、ペルオキソホウ酸ナトリウム、過ギ酸、過酢酸、過安息香酸、過フタル酸等；酸素酸又はその塩としては、次亜塩素酸、次亜臭素酸、次亜ヨウ素酸、塩素酸、臭素酸、ヨウ素酸、過塩素酸、次亜塩素酸ナトリウム、次亜塩素酸カルシウム等；金属塩類としては、塩化鉄(III)、硫酸鉄(III)、クエン酸鉄(III)、硫酸アンモニウム鉄(III)等が挙げられる。好ましい酸化剤としては、過酸化水素、硝酸鉄(III)、過酢酸、ペルオキソ二硫酸アンモニウム硫酸鉄(III)及び硫酸アンモニウム鉄(III)等が挙げられる。特に、表面に金属イオンが付着せず汎用に使

用されるという観点から過酸化水素が好ましい。これらの酸化剤は、単独で又は2種以上を混合して使用してもよい。

【0025】研磨速度を向上させる観点から、研磨液組成物中の酸化剤の含有量は、好ましくは0.002重量%以上、より好ましくは0.005重量%以上、さらに好ましくは0.007重量%以上、特に好ましくは0.01重量%以上であり、表面粗さを低減し、微小突起等の表面欠陥を減少させて表面品質を向上させる観点及び経済性の観点から、好ましくは20重量%以下、より好ましくは15重量%以下、さらに好ましくは10重量%以下、特に好ましくは5重量%以下である。該含有量は、好ましくは0.002~20重量%、より好ましくは0.005~15重量%、さらに好ましくは、0.007~10重量%、特に好ましくは0.01~5重量%である。

【0026】研磨液組成物中の水は、媒体として使用されるものであり、その含有量は、被研磨物を効率よく研磨する観点から、好ましくは50重量%以上であり、より好ましくは66重量%以上であり、さらに好ましくは77重量%以上であり、特に好ましくは85重量%以上であり、また、好ましくは99.4979重量%以下、より好ましくは98.9947重量%以下、さらに好ましくは96.992重量%以下、特に好ましくは、94.9875重量%以下である。該含有量は、好ましくは55~99.4979重量%、より好ましくは67~98.9947重量%、さらに好ましくは75~96.992重量%、特に好ましくは84~94.9875重量%である。

【0027】尚、前記研磨液組成物中の各成分の濃度は、該組成物製造時の濃度及び使用時の濃度のいずれであってもよい。通常、濃縮液として研磨液組成物は製造され、これを使用時に希釈して用いる場合が多い。

【0028】また、前記研磨液組成物には、必要に応じて他の成分を配合することができる。該他の成分としては、増粘剤、分散剤、防錆剤、塩基性物質、界面活性剤等が挙げられる。

【0029】研磨液組成物は、研磨材、酸化合物、水、必要であれば酸化剤、他の成分等を公知の方法で混合す

ることにより調製することができる。

【0030】研磨液組成物のpHは酸性であるが、具体的なpHの値は、被加工物の種類や要求性能に応じて適宜決定することが好ましい。被研磨物の材質により一概に限定はできないが、一般に金属材料では研磨速度を向上させる観点からpHは、7.0未満が好ましく、より好ましくは6.0以下、さらに好ましくは5.0以下、特に好ましくは4.0以下である。また、人体への影響や機械の腐食性の観点から、pHは1.0以上であることが好ましく、より好ましくは1.2以上、さらに好ましくは1.4以上特に好ましくは1.6以上である。特にニッケル-リン(Ni-P)メッキされたアルミニウム合金基板等の金属を主対象とした精密部品基板においては、pHは、研磨速度を向上させる観点から、4.5以下が好ましく、より好ましくは4.0以下、さらに好ましくは3.5以下、特に好ましくは3.0以下である。従って、重視する目的に合わせてpHを設定すればよいが、特にNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板等の金属を対象とした精密部品基板においては、前記観点を総合して、pHは1.0～4.5が好ましく、より好ましくは1.2～4.0、さらに好ましくは1.4～3.5、特に好ましくは1.6～3.0である。pHは硝酸、硫酸等の無機酸やシュウ酸等の有機酸、アンモニウム塩、アンモニア水、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、アミン等の塩基性物質を適宜、所望量で配合することにより調整することができる。

【0031】本発明の微小突起の低減方法は、例えば、前記のような研磨液組成物を用いて、あるいは前記研磨液組成物の組成となるように各成分を混合して研磨液を調製して被研磨基板を研磨する工程を有しており、特に精密部品用基板を好適に製造することができる。その具体例としては、不織布状の有機高分子系研磨布等、好ましくはポリウレタン系研磨布を貼り付けた研磨盤で基板を挟み込み、研磨液組成物を流量として被研磨基板1m²当たり0.076～3.8L/分、好ましくは0.15～1.5L/分で研磨面に供給し、荷重として2.9～19.6kPa、好ましくは4.9～9.8kPaの一定圧力を加えながら、上定盤又は下定盤と被研磨基板との相対速度が定盤中央部で0.1～2m/秒、好ましくは0.3～1m/秒となるように研磨盤や基板を動かすことにより研磨する方法が挙げられる。

【0032】このように本発明の微小突起の低減方法を用いることにより、微小突起を効率よく除去するだけでなく、研磨速度を向上させ、微小スクラッチやピット等の表面欠陥の発生が抑制され、表面粗さ(Ra)等の表面平滑性を向上させることができるという効果が発現される。

【0033】本発明の微小突起の低減方法が対象とする被研磨基板としては、例えば、シリコン、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅、タンタル、チタン等の金属又は半金属及びこれらの合金、並びにガラス、ガ

ラス状カーボン、アモルファスカーボン等のガラス状物質、アルミナ、二酸化珪素、窒化珪素、窒化タンタル、炭化チタン等のセラミック材料、ポリイミド樹脂等の樹脂等を材質とする基板が挙げられる。これらの中では、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅等の金属及びこれらの金属を主成分とする合金が被研磨物であるか、又は、半導体素子等の半導体基板のような、それらが金属を含んだ被研磨物であるのが好ましく、例えば、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板や結晶化ガラス、強化ガラス等のガラス基板がより好ましく、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板が特に好ましい。

【0034】被研磨基板の形状には特に制限がなく、例えば、ディスク状、プレート状、スラブ状、プリズム状等の平面部を有する形状や、レンズ等の曲面部を有する形状が本発明の対象となる。その中でも、ディスク状の被研磨基板の研磨に特に優れている。

【0035】本発明の微小突起の低減方法は、精密部品基板の研磨に好適に用いられる。例えば、磁気ディスク、光ディスク、光磁気ディスク等の磁気記録媒体の基板、フォトマスク基板、光学レンズ、光学ミラー、光学プリズム、半導体基板等の精密部品基板の研磨に適している。半導体基板の研磨は、シリコンウェハ(ベアウェハ)のポリッシング工程、埋め込み素子分離膜の形成工程、層間絶縁膜の平坦化工程、埋め込み金属配線の形成工程、埋め込みキャパシタ形成工程等において行われる。本発明の微小突起の低減方法は、特に、磁気ディスク用基板の研磨に適している。さらに、表面粗さ(Ra)0.3nm以下の磁気ディスク用基板を得るのに適している。

【0036】本明細書では、表面粗さ(Ra)は、一般に言われる中心線粗さとして求められ、80μm以下の波長成分を持つ粗さ曲線から得られる中心線平均粗さをRaと表す。このRaは、以下のように測定することができる。

【0037】中心線平均粗さ：Ra

ランク・テラーホブソン社製タリーステップ(「タリデータ2000」)(以下、かぎ括弧内の用語は商品名を示す)を用いて、以下の条件で測定する。

触針先端サイズ : 2.5μm×2.5μm

ハイパスフィルター : 80μm

測定長さ : 0.64mm

【0038】本発明の磁気ディスク用基板の製造方法は、本発明の微小突起の低減方法を用いた研磨工程を有し、該研磨工程は、複数の研磨工程の中でも2工程目以降に行われるのが好ましく、最終研磨工程に行われるのが特に好ましい。例えば、1工程又は2工程の研磨工程によって表面粗さ(Ra)0.5nm～1.5nmにしたNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板を、本発明の微小突起の低減方法を用いた研磨工程によって研磨

して、表面粗さ (R a) 0. 3 nm以下の磁気ディスク用基板を、好ましくは表面粗さ (R a) 0. 2 5 nm以下の磁気ディスク用基板を製造することができる。特に、本発明の微小突起の低減方法は、2工程の研磨で表面粗さ (R a) 0. 3 nm以下の磁気ディスク用基板を、好ましくは表面粗さ (R a) 0. 2 5 nm以下の磁気ディスク用基板を製造する際の2工程目に用いられるのに適している。

【0039】製造された磁気ディスク用基板は、微小突起が極めて少なく、表面平滑性に優れたものである。その表面平滑性として、表面粗さ (R a) 0. 3 nm以下、好ましくは0. 2 5 nm以下が望ましい。

【0040】以上のように、本発明の微小突起の低減方法を用いることで、微小突起を効率良く除去することができ、さらに研磨速度を向上させると共に、スクラッチ、ピット等の表面欠陥が少なく、表面粗さ (R a) 及びうねり (W a) 等の平滑性が向上した、表面性状に優れた高品質の磁気ディスク用基板を生産効率よく製造することができる。

【0041】なお、本発明の微小突起の低減方法は、ポリッシング工程において特に効果があるが、これ以外の研磨工程、例えば、ラッピング工程等にも同様に適用することができる。

【0042】

【実施例】(被研磨物) 被研磨基板として、Ni-Pメッキされた基板をアルミナ研磨材を含有する研磨液であらかじめ粗研磨し、基板表面粗さ1 nmとした、厚さ0. 8 mmの9. 5 mmφのアルミニウム合金基板を用いて研磨評価を行った。

【0043】実施例1~7、比較例1~3

表1に示すような一次粒子の平均粒径を有するコロイダルシリカ、35% 過酸化水素(旭電化製)、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸(HEDP、ソーシア・ジャパン(株)製、pK1は1以下)又はエチレンジアミン四酢酸鉄塩(EDTA-Fe)を所定量

と、残りを水として合計100 重量% となるように調製した。混合する順番は、まずHEDP又はEDTA-Feを水で希釈した水溶液に過酸化水素を混合し、最後にコロイダルシリカスラリーをゲル化しないように攪拌しながらすばやく加え、pHを所定値に調整して、研磨液組成物を調製した。得られた研磨液組成物を用いて、以下の研磨条件にて被研磨物を研磨し、研磨速度、表面粗さ(R a) 及び微小突起の個数を以下の方法に基づいて測定・評価した。得られた結果を表1に示す。

【0044】(研磨条件)

研磨試験機: スピードファム社製「両面9 B研磨機」

研磨パッド: 鐘紡製「Belatrix N0058」

定盤回転数: 35 r/min

スラリー供給量: 40 ml/min

研磨時間: 4分

研磨荷重: 7. 8 kPa

投入した基板の枚数: 10枚

【0045】(研磨速度) 研磨試験前後の基板の重量差(g) に比重(8. 4g/cm³) をかけ、さらにディスクの表面積(65. 97cm²) と研磨時間で割ることにより、単位時間当たりの両面研磨量を算出している。

【0046】(表面粗さ(R a)) 被研磨基板の裏表の120° おきに各3点で計6点を原子間力顕微鏡(デジタルインスツルメント社製「Nanoscope III」)を用いて、ScanRateを1. 0Hz で2μm×2μmの範囲を測定したときの平均値をとった。なお、R aは中心線平均粗さを示す。

【0047】(微小突起の個数) 被研磨基板の裏表の120° おきに各3点で計6点を原子間力顕微鏡(デジタルインスツルメント社製「Nanoscope III」)を用いて、ScanRateを1. 0Hz で2μm×2μmの範囲に含まれる微小突起(高さ1~30 nm、幅1~100 nmの突起) の一基板当たりの平均値を求めた。

【0048】

【表1】

| | 研磨材 | | 酸化合物 | 酸化剤 | pH | 研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{分}$) | Ra (nm) | 微小突起 (個数) |
|-------|--------------|-------------|---------------|---|----|------------------------------------|------------|--------------|
| | 平均粒径 (nm) | 濃度 (重量%) | | | | | | |
| 実施例 1 | 58 | 7 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.11 | 0.30 | 0 |
| 実施例 2 | 44 | 7 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.10 | 0.20 | 0 |
| 実施例 3 | 32 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.06 | 0.20 | 0 |
| 実施例 4 | 40 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.06 | 0.20 | 0 |
| 実施例 5 | 52 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.07 | 0.22 | 0 |
| 実施例 6 | 78 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.08 | 0.24 | 0 |
| 実施例 7 | 85 | 9 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.08 | 0.30 | 0 |
| 比較例 1 | 58 | 13 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.15 | 0.30 | 4 |
| 比較例 2 | 44 | 13 | HEDP: 0.4 重量% | H ₂ O ₂ : 0.3 重量% | 2 | 0.10 | 0.20 | 10 |
| 比較例 3 | 58 | 7 | EDTA-Fe: 3重量% | — | 9 | 0.10 | 0.31 | 無数 |

【0049】表1の結果より、実施例1～7では、比較例1～3に比べ、いずれも微小突起がなく、且つ表面粗さが低い基板を高速で得ることができることがわかる。 20

【0050】

【発明の効果】本発明の微小突起の低減方法により、高速研磨と高精度な表面品質、特に原子間力顕微鏡（AFM）を用いた表面形状解析における微小突起の発生を防止する基板を製造できるという効果が奏される。

